

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06041759 A**

(43) Date of publication of application: **15 . 02 . 94**

(51) Int. Cl.

C23C 16/52
C30B 25/14
G05D 7/06
// B01J 19/00

(21) Application number: **04220859**

(71) Applicant: **KOMATSU DENSHI KINZOKU KK**

(22) Date of filing: **28 . 07 . 92**

(72) Inventor: **MARUTANI SHINJI**

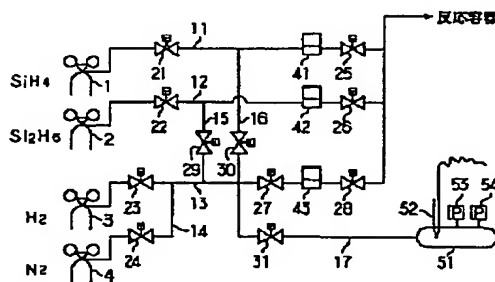
(54) **VAPOR-PHASE GROWTH DEVICE AND
CALIBRATING METHOD FOR MASS-FLOW
CONTROLLER IN VAPOR-PHASE GROWTH
DEVICE**

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio

(57) Abstract:

PURPOSE: To calibrate a mass-flow controller on a gas supply line for a vapor- phase growth device without giving bad influence on the quality of epitaxial wafers.

CONSTITUTION: This vapor-phase growth device consists of a pressure chamber 51 equipped with a temp. sensor 52 and several pressure switches 53, 54,... connected to the gas supply line. For calibration of mass-flow controllers 41, 42, 43, etc., the pressure chamber 51 is filled with nitrogen gas or the gas assigned for each mass-flow controller, the instantaneous flow rate of the mass- flow controller is set, and then the gas is introduced to the mass-flow controller by operating automatic valves 21, 22,... After the instantaneous effective flow rate of the mass flow controller is stabilized, the change of the pressure and the time for the change in the pressure chamber 51 and the gas temp. are measured. Based on the obtd. data, the mass-flow controller is judged and calibrated.



(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-41759

(43)公開日 平成6年(1994)2月15日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 16/52		7325-4K		
C 3 0 B 25/14		9040-4G		
G 0 5 D 7/06	Z	9324-3H		
// B 0 1 J 19/00	Z	9151-4G		

審査請求 未請求 請求項の数2(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-220859

(22)出願日 平成4年(1992)7月28日

(71)出願人 000184713

コマツ電子金属株式会社

神奈川県平塚市四之宮2612番地

(72)発明者 丸谷 新治

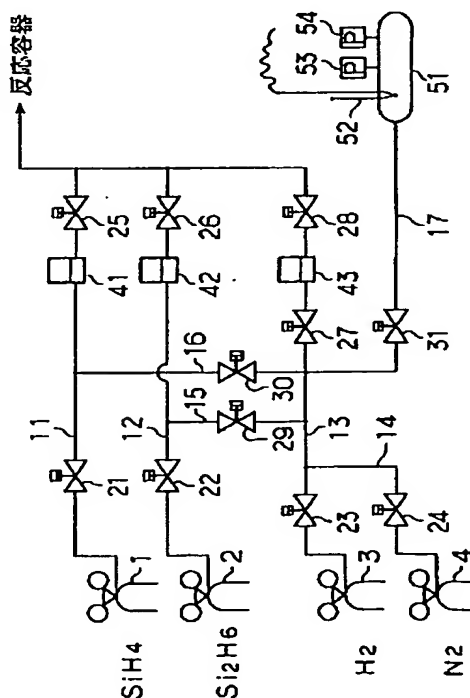
神奈川県平塚市四之宮2612 小松電子金属
株式会社内

(54)【発明の名称】 気相成長装置および気相成長装置におけるマスフローコントローラの校正方法

(57)【要約】

【目的】 気相成長装置のガス供給ラインに設けられているマスフローコントローラの校正を、エビタキシャルウェーハの品質に悪影響を及ぼすことなく実施できるようにする。

【構成】 ガス供給ラインに、温度センサ52および複数の圧力スイッチ53、54、・・・を備えた圧力容器51を接続した気相成長装置とする。マスフローコントローラ41、42、43等の校正に当たり、各マスフローコントローラの指定するガスまたは窒素ガスを圧力容器51に充填し、各マスフローコントローラの瞬時流量を設定した上、自動弁21、22、・・・を操作して前記ガスをマスフローコントローラに導く。マスフローコントローラの瞬時実流量が安定した後、圧力容器51内の圧力変化量とその所要時間およびガス温度を計測する。そして、得られたデータに基づいてマスフローコントローラの良否を判定し、校正する。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガス供給ラインにマスフローコントローラを搭載した気相成長装置において、前記ガス供給ラインに温度センサおよび複数の圧力スイッチを備えた圧力容器を接続したことを特徴とする気相成長装置。

【請求項2】 マスフローコントローラと、温度センサおよび複数の圧力スイッチを備えた圧力容器とをガス供給ラインに搭載した気相成長装置において、

(1) 前記マスフローコントローラの指定するガスまたは窒素ガスを前記圧力容器に充填する工程

(2) 前記マスフローコントローラに瞬時流量を設定する工程

(3) 前記圧力容器に充填したガスを、バルブ等の操作により前記マスフローコントローラに導く工程

(4) 前記マスフローコントローラの瞬時実流量が安定した後、圧力容器内の圧力変化量とその所要時間およびガス温度を計測する工程

を1回以上繰り返すことを特徴とする、気相成長装置におけるマスフローコントローラの校正方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、シリコンをはじめとする半導体単結晶や各種の無機化合物を製造する装置のうち、特にガス流量制御手段としてマスフローコントローラを搭載した気相成長装置および前記気相成長装置におけるマスフローコントローラの校正方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、マスフローコントローラはガスの流量を制御する装置の主流として、面積流量計に代わって気相成長装置に多数搭載されるようになった。マスフローコントローラの特徴として、稼動部分がないためパーティクルの発生が少なく、圧力変動の影響を受けにくい、外部から容易に流量値を変えられることができる等が挙げられる。これらの特徴から、クリーンで、しかも高度に自動化された半導体製造装置に代表される気相成長装置に搭載されるようになった。その反面、マスフローコントローラが抱える問題点もクローズアップされるようになった。すなわち、電氣的な誤動作、あるいはマスフローコントローラ内におけるガス流路の閉塞である。これらのトラブルは、マスフローコントローラ周辺の高周波源その他の電氣的悪環境や管路内でのパーティクルの発生に起因し、プロセスの暴走や不良品発生を引き起こすので、安全性、経済性の面から前記トラブルの解決あるいは確認手段の開発が要求されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】図3に、気相成長装置に対する従来の技術によるマスフローコントローラの校正方法の一例を示す。同図において、モノシランガス(SiH_4)、ジシランガス(Si_2H_6)、キャリア用水素ガスおよび窒素ガスを充填したガスボンベ1、

2

2, 3, 4から図示しない反応容器に至る各管路11, 12, 13上にマスフローコントローラ41, 42, 43がそれぞれ設置されている。通常、マスフローコントローラは校正を行ってから使用する。また、定期的に再校正あるいは動作確認を行う必要がある。精密かつ少流量のマスフローコントローラの校正には、従来から石鹸膜流量計が用いられてきた。石鹸膜流量計は、精密に検量されたガラス管内に薄い石鹸膜を張り、この石鹸膜の片側から一定量のガスを流し、単位時間内に石鹸膜がガラス管内を移動する距離からその容積を校正する装置である。校正の際には通常、マスフローコントローラをガス供給ラインから取り外すか、あるいは図3に示すように管路13の一部を断ち切り、その部分に仮設配管18を用いて石鹸膜流量計61を接続して、マスフローコントローラの校正を行っている。このような校正方法では、仮設配管の取り付け、取り外しの際にガス供給ラインが大気からの汚染を受けたり、校正準備に多大の時間を要するといった問題点がある。また石鹸膜を用いる関係上、大流量マスフローコントローラの校正には不向きであり、マスフローコントローラの流量レンジに合わせてガラス管を取り替えなければならない等の煩わしさがある。

【0004】一方、大流量マスフローコントローラにも対応できるように、石鹸膜流量計の代わりに基準マスフローコントローラを搭載した校正器も用いられている。しかしながら、この校正器を用いる場合も石鹸膜流量計の場合と同様に、校正しようとするマスフローコントローラに近い流量レンジを持った基準マスフローコントローラを準備しなければならなかったり、ガス供給ラインが大気からの汚染を受けたりするという問題がある。これらの他に、マスフローコントローラをガス供給ラインに搭載したまま、その動作を確認することができる装置がある。この装置は、マスフローコントローラが通常備えている電源、流量設定器、流量表示器等を有し、マスフローコントローラ本体の設定ガス流量に対する実流量値を確認しようとするもので、幾種類もの基準マスフローコントローラを準備する必要もなければ、汚染のおそれもない。しかし、このような装置ではガス供給ライン上に搭載されたマスフローコントローラ用の電源、流量設定器、流量表示器に対しては動作確認の対象外となり、たとえばこれらの機器が電氣的悪環境によって故障してもその検出はできない。本発明は上記従来の問題点に着目してなされたもので、ガス供給ラインを汚染せずに、マスフローコントロールシステムの動作チェックおよび校正を容易に行うことができるような気相成長装置および気相成長装置におけるマスフローコントローラの校正方法を提供することを目的としている。

【0005】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明に係る気相成長装置は、ガス供給ラインにマ

スフローコントローラを搭載した気相成長装置において、前記ガス供給ラインに温度センサおよび複数の圧力スイッチを備えた圧力容器を接続する構成とし、このような気相成長装置におけるマスフローコントローラの校正方法は、マスフローコントローラと、温度センサおよび複数の圧力スイッチを備えた圧力容器とをガス供給ラインに搭載した気相成長装置において、

(1) 前記マスフローコントローラの指定するガスまたは窒素ガスを前記圧力容器に充填する工程

(2) 前記マスフローコントローラに瞬時流量を設定する工程

(3) 前記圧力容器に充填したガスを、バルブ等の操作により前記マスフローコントローラに導く工程

(4) 前記マスフローコントローラの瞬時実流量が安定した後、圧力容器内の圧力変化量とその所要時間およびガス温度を計測する工程

を1回以上繰り返すことにした。

【0006】

【作用】上記構成によれば、マスフローコントローラを備えた既存の気相成長装置のガス供給ラインに、温度センサおよび複数の圧力スイッチを備えた圧力容器を接続してマスフローコントローラの校正手段としたので、校正に際して従来のようにそのつどガス供給ラインを断ち切る必要がなくなる。従って、ガス供給ラインの汚染を完全に防止することができる。マスフローコントローラの校正は、前記圧力容器に充填したマスフローコントローラの指定するガスまたは窒素ガスを、バルブ等の操作により前記マスフローコントローラに導き、マスフローコントローラ別に設定した瞬時流量と瞬時実流量とを比較する方法としたので、マスフローコントローラのみならず、専用電源、瞬時流量設定器、瞬時流量表示器等を含むマスフローコントロールシステムを簡単な手順で、自動的に校正することができる。

【0007】

【実施例】以下に本発明に係る気相成長装置および気相成長装置におけるマスフローコントローラの校正方法の実施例について、図面を参照して説明する。気相成長装置の構成は、簡単にはガス供給装置、反応容器および排気装置からなる。図1は、気相成長装置のうちガス供給装置の構成図であるが、モノシランガス(SiH_4)を充填したガスボンベ1から図示しない反応容器に至る管路11上に自動弁21、マスフローコントローラ41および自動弁25が装着され、ジシランガス(Si_2H_6)を充填したガスボンベ2から図示しない反応容器に至る管路12上に自動弁22、マスフローコントローラ42および自動弁26が装着されている。また、キャリアガスとしての水素ガスを充填したガスボンベ3から前記反応容器に至る管路13上には自動弁23、27、28およびマスフローコントローラ43がそれぞれ装着され、窒素ガスを充填したガスボンベ4から前記管

路13に接続される管路14上には自動弁24が装着されている。前記管路12と、管路13の自動弁23、27に挟まれる部分とを接続する管路15上には自動弁29が装着され、管路11と、管路13の自動弁23、27に挟まれる部分とを接続する管路16上には自動弁30が装着されている。

【0008】前記管路13上に配設された自動弁23と27とに挟まれる部分に分岐管路17が接続され、この分岐管路17上に自動弁31が装着されている。分岐管路17は、適当な内容積の圧力容器51に接続されている。この圧力容器51には、測温抵抗体52と、複数の圧力スイッチ53、54、・・・が装着されている。圧力スイッチの代わりに圧力トランスデューサを用いてもよい。この装置の制御は、たとえばシーケンサーを用い、マスフローコントローラの流量設定用およびガスの温度データ取り込み用にアナログ入出力モジュールを装備する。自動弁の開閉は前記シーケンサーで行う。マスフローコントローラの動作チェック時以外は、圧力容器内に窒素ガスを封入しておく。本実施例では、気相成長装置のガス供給ラインに1個の圧力容器を設けたが、これに限るものではなく、各マスフローコントローラ別にそれぞれ専用の圧力容器を設ける構成としてもよい。

【0009】マスフローコントローラの校正は次のように行う。まず、圧力容器51および圧力容器51から各マスフローコントローラ41、42、43までの配管内の窒素ガスを、必要な自動弁を開閉の上、反応容器の下流側に設けられた真空ポンプを用いて排出し、真空にする。次に、校正しようとするマスフローコントローラの仕様と同種のガスを圧力容器51内に導入し、加圧する。所定の圧力に達した後、測温抵抗体52からの温度データをモニタし、温度が一定になるまで暫く放置する。その後、シーケンサーからマスフローコントローラに流量設定信号を送ると同時に、マスフローコントローラにガスを導くため必要な自動弁を開放する。このとき、マスフローコントローラをソフトスタートさせてもよい。圧力容器51内の圧力が徐々に低下し、第1の圧力スイッチ53が入ったならシーケンサーに内蔵されたタイマで時間をカウントし始める。圧力容器51内の圧力が更に低下し、第2の圧力スイッチ54が入ったなら前記タイマによるカウントを停止する。この間に生じた圧力容器51内の圧力差とその所要時間、ガスの温度および圧力容器51の内容積とから瞬時実流量を算出し、あらかじめ設定した瞬時流量と比較して校正する。

【0010】複数の流量値について更正を行う必要がある場合には、シーケンサーからマスフローコントローラへの流量設定信号を任意に切り換え、上述した手順を繰り返す。また、校正作業を無人で行う場合は、校正しようとするマスフローコントローラの仕様と同種のガスを用いずに、窒素ガス等で代用してもよい。ただし、その場合には前記実ガスと代用ガスとのコンバージョンファ

クタ比を加味する必要がある。更に、マスフローコントローラの動作確認のみを行えばよいという要求に対しては、校正用ガスとして窒素ガス等を用い、上述の手順を1回だけ行い、その所要時間を基準時間と比較するという方法をとることもできる。

【0011】ガス供給ラインに上記のようなマスフローコントローラ校正手段を備えた気相エビタキシャル成長装置において、反応容器内にシリコンウェーハをセットし、赤外線ランプでこれを加熱した。ウェーハ温度が1010°Cに達した時点で、モノシランガスとキャリア用水素ガスとを導入し、エビタキシャル成長を行ったところ、エビタキシャル膜の比抵抗は570Ω・cmであった。次に、モノシランガス用および水素ガス用のマスフローコントローラを、本発明による校正手段を用いて、ガス供給ラインを切断することなく校正した。そして、前記の各マスフローコントローラが正常であることを確認した上、前記と全く同一の条件で成膜を行ったところ、得られたエビタキシャル膜の比抵抗は580Ω・cmであった。比抵抗の変化は図2に実線で示した通りである。

【0012】上記の結果と対比するため、本発明による校正手段を持たない気相エビタキシャル成長装置において、反応容器内にシリコンウェーハをセットし、赤外線ランプでこれを加熱した。ウェーハ温度が1010°Cに達した時点で、モノシランガスとキャリア用水素ガスとを導入し、エビタキシャル成長を行ったところ、エビタキシャル膜の比抵抗は600Ω・cmであった。上記成長の後、反応容器より下流側のラインの一部を断ち切り、モノシランガス用および水素ガス用のマスフローコントローラの校正を、石鹸膜流量計を用いて行った。そして、前記の各マスフローコントローラが正常であることを確認した上、前記と全く同一の条件で成膜を行ったところ、得られたエビタキシャル膜の比抵抗は270Ω・cmであった。同一条件下での成長を繰り返した結果、得られたエビタキシャル膜の比抵抗は図2に鎖線で示した通り徐々に回復傾向を示し、6パッチ目にほぼもとの値に戻った。

【0013】更に、本発明による校正手段を持たない気相エビタキシャル成長装置において、反応容器内にシリコンウェーハをセットし、赤外線ランプでこれを加熱した。ウェーハ温度が1010°Cに達した時点で、モノシランガスとキャリア用水素ガスとを導入し、エビタキシャル成長を行ったところ、エビタキシャル膜の比抵抗は600Ω・cmであった。上記成長の後、反応容器より上流側のラインの一部を断ち切り、モノシランガス用および水素ガス用のマスフローコントローラの校正を、石鹸膜流量計を用いて行った。そして、前記の各マスフローコントローラが正常であることを確認した上、前記と全く同一の条件で成膜を行ったところ、得られたエビタキシャル膜の比抵抗は120Ω・cmであった。同一

条件下での成長を繰り返したところ、得られたエビタキシャル膜の比抵抗は図2に点線で示した通り徐々に回復傾向を示したが、15パッチを経過した時点でももとは戻らなかった。以上の結果から、マスフローコントローラの校正に際し、ガス供給ラインを断ち切るか否かでエビタキシャル成長の品質が大きく左右されることが分かる。

【0014】図1に示す白金測温抵抗体52と、5.0kg/cm²、4.0kg/cm²および2.5kg/cm²の圧力スイッチ53、54、・・・とを備えた内容積495.4mlの圧力容器51をガス供給ラインに搭載した気相成長装置において、この気相成長装置に同じく搭載されているフルスケール500cc/分のモノシランガス用マスフローコントローラ41について、動作チェックを行った。チェック用ガスにはラインバージ用窒素ガスを利用した。はじめに、気相成長装置に付属している真空ポンプを用いて圧力容器51内を真空にし、その後窒素ガスを導入した。圧力スイッチで5.0kg/cm²を検出した時点で自動弁31を閉止したが、ライン内の差圧解消により圧力容器51内の圧力は最終的に5.2kg/cm²に達した後、安定した。この状態で10分間放置し、ガスの温度をほぼ安定させた。このときのガス温度は26.5°Cであった。この時点でシーケンサーから2.5V（マスフローコントローラ41の瞬時流量設定入力レンジは0~5V/0~100%）のアナログ設定信号をマスフローコントローラ41に印加、ソフトスタートさせ、圧力容器51からマスフローコントローラ41にガスを導くため、自動弁25、30、31を開けた。マスフローコントローラ41から流出するガスの流量はすぐに安定し、また圧力容器51内の圧力も徐々に低下していった。その後、圧力スイッチ53は5.0kg/cm²を検出し、これと同時にタイマがセットされた。65.1秒後、第2の圧力スイッチ54は4.0kg/cm²を検出した。

【0015】圧力をP、体積をV、温度をTとすると、 $P_0 V_0 / T_0 = P_1 V_1 / T_1$ であるから、タイマのカウント中に圧力容器41から流出した窒素ガスの総量は、0°C、1気圧（マスフローコントローラの仕様）においては、

$$V_0 / 273 = (5.0 - 4.0) / 1.033 \times 495.4 / (273 + 26.5) \quad V_0 = 437.1$$

窒素ガスの瞬時流量を $F r(N_2)$ とすると、 $F r(N_2) = V_0 / t$ であるから、

$$F r(N_2) = 437.1 / 65.1 \times 60 = 402.9 \text{ (cc/分)}$$

更に、モノシランガスと窒素ガスのコンバージョンファクタを考慮すると、 $F r(SiH_4) = F r(N_2) \times C(SiH_4) / C(N_2)$ であるから、

$$F r(SiH_4) = 402.9 \times 0.63 / 1.01 = 251.3 \text{ (cc/分)}$$

この結果は、設定した瞬時流量値250cc/分(=500cc/分×2.5V/5.0V)に対して0.5%多いが、動作は正常であると判定することができる。

【0016】また、図1に示す白金測温抵抗体52と、5.0kg/cm²、4.0kg/cm²および2.5kg/cm²の圧力スイッチ53、54、・・・とを備えた内容積495.4mlの圧力容器51をガス供給ラインに搭載した気相成長装置において、この気相成長装置に同じく搭載されているフルスケール500cc/分のモノシランガス用マスフローコントローラ41について、動作チェックを行った。チェック用ガスにはラインバージ用窒素ガスを利用した。はじめに、気相成長装置に付属している真空ポンプを用いて圧力容器51内を真空にし、その後窒素ガスを導入した。圧力スイッチで5.0kg/cm²を検出した時点で自動弁31を閉止したが、ライン内の差圧解消により圧力容器51内の圧力は最終的に5.2kg/cm²に達した後、安定した。この状態で10分間放置し、ガスの温度をほぼ安定させた。このときのガス温度は26.5°Cであった。この時点でシーケンサから1.0V(マスフローコントローラ41の瞬時流量設定入力レンジは0~5V/0~100%)のアナログ設定信号をマスフローコントローラ41に印加、ソフトスタートさせ、圧力容器51からマスフローコントローラ41にガスを導くため、自動弁25、30、31を開けた。マスフローコントローラ41から流出するガスの流量はすぐに安定し、また圧力容器51内の圧力も徐々に低下していった。その後、圧力スイッチ53は5.0kg/cm²を検出し、これと同時にタイマがセットされた。161.1秒後、第2の圧力スイッチ54は4.0kg/cm²を検出した。

【0017】圧力をP、体積をV、温度をTとすると、 $P_0 V_0 / T_0 = P_1 V_1 / T_1$ であるから、タイマのカウント中に圧力容器41から流出した窒素ガスの総量は、0°C、1気圧(マスフローコントローラの仕様)においては、 $V_0 / 273 = (5.0 - 4.0) / 1.033 \times 495.4 / (273 + 26.5)$ $V_0 = 437.1$ 窒素ガスの瞬時流量をFr(N₂)とすると、 $Fr(N_2) = V_0 / t$ であるから、

$$Fr(N_2) = 437.1 / 161.1 \times 60 = 162.8 \text{ (cc/分)}$$

更に、モノシランガスと窒素ガスのコンバージョンファクタを考慮すると、 $Fr(SiH_4) = Fr(N_2) \times C(SiH_4) / C(N_2)$ であるから、

$$Fr(SiH_4) = 162.8 \times 0.63 / 1.01$$

$$= 101.5 \text{ (cc/分)}$$

以下同様にシーケンサから2.0V、3.0V、4.0Vのアナログ設定信号をマスフローコントローラに印加し、それぞれの信号に対応する値200.8cc/分、302.2cc/分、401.5cc/分を得た。これらのデータに基づいて設定瞬時流量/瞬時実流量を表した校正曲線を得た。

【0018】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、温度センサと複数の圧力スイッチとを備えた圧力容器をガス供給ラインに接続した気相成長装置としたので、マスフローコントローラの校正に際してガス供給ラインを切断する必要がないため、気相成長装置を汚染することがない。従って、たとえば半導体用の気相エピタキシャル成長装置のように特に汚染を嫌う装置に対しては、極めて好適な校正手段を備えた気相成長装置とすることができる。そして、この気相成長装置を用いることにより、マスフローコントローラと専用電源、瞬時流量設定器および瞬時流量表示器等、ラインに搭載されたマスフローコントロールシステムをトータルでチェックすることができる。また、気相成長装置にごく一般的に搭載されている制御系を用いて、無人かつ全自動でマスフローコントローラの校正や動作チェックを行うことができる。更に、本発明においては、マスフローコントローラの校正に必要な機器が、圧力容器、温度センサ、圧力スイッチ等比較的安価なもので構成されているので、インシヤルコストが低くてすむ。また、マスフローコントローラの校正や動作チェックのための準備が一切不要であるから、校正・動作チェック作業の工数を低減させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による気相成長装置のうちガス供給ラインの構成図である。

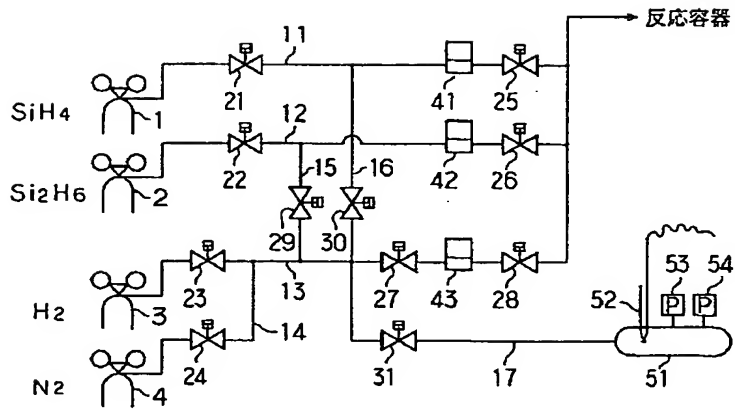
【図2】本発明および従来の方法によるマスフローコントローラ校正後のエピタキシャル成長膜の比抵抗について、バッチ別推移を示した図である。

【図3】従来の技術によるマスフローコントローラの校正方法を示す説明図である。

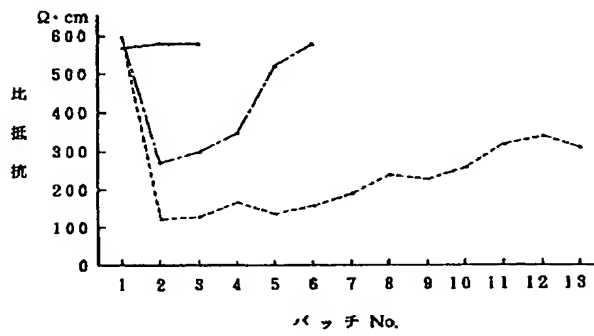
【符号の説明】

- 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31 自動弁
- 41, 42, 43 マスフローコントローラ
- 51 圧力容器
- 52 温度センサ(測温抵抗体)
- 53, 54 圧力スイッチ

【図1】



【図2】



【図3】

